

PI JP 52133085 A 19771108 (197751)*
JP 56052853 B 19811215 (198202)

PRAI JP 1976-48486 19760430
IC C01B033-00; C30B015-00; C30B029-06

AB JP 52133085 A UPAB: 19930901

Highly pure silicon is produced by directly contacting a gaseous mixt. of chlorosilane and hydrogen with molten silicon of high degree of purification.

Typically, the gaseous mixt. is introduced through an inlet pipe into the molten silicon, and the resulting waste gas is exhausted through an outlet pipe to atmosphere. Highly pure silicon plate is pulled out with a guide roller. Process is suitable for mass prodn. of highly pure silicon plates.

⑩日本国特許庁
公開特許公報

⑪特許出願公開
昭52-133085

⑫Int. Cl².
B 01 J 17/18
C 01 B 33/02

識別記号

⑬日本分類
13(7) D 522.2
10 R 33
99(5) A 02

府内整理番号
7158-4A
7047-42
6521-57

⑭公開 昭和52年(1977)11月8日
発明の数 1
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮高純度シリコンの製法

⑯特 願 昭51-48486
⑯出 願 昭51(1976)4月30日
⑯發明者 菅福彦
同 大宮市北袋町1丁目190番地
富沢憲治
同 大宮市吉野町2丁目102番地
小林慎一郎

⑯發明者 工藤勃士
流山市東深井970番6号
⑯出願人 三菱金属株式会社
東京都千代田区大手町1丁目5
番2号
⑯代理人 弁理士 松井政広

明細書

1. [発明の名称]

高純度シリコンの製法

2. [特許請求の範囲]

熱製した塩化シランと水素の混合物を高純度シリコンの溶解浴と直接接触させることを特徴とする高純度シリコンの製法。

3. [発明の詳細な説明]

本発明は高純度シリコンの製法に関する。

シリコンは今日最も広く使用されている半導体材料であるが、近年複雑な細緻構造を有する集積回路、大容量高周波のトランジスター等の普及と生産化をはじめ、半導体の光電効果を利用した大面積光発電装置の推進等から、高純度の単結晶シリコンを得ることが半導体工業における基本的要請となつてゐる。

従来、高純度単結晶シリコンは分解その他による反応によってシリコンを生成する気体材料を高純度精製し、これを900～1200℃程度に加熱した高純度シリコン、またはタンタルのような高純度

点金属材料の、鉛、フィラメント、リボンなどを接触させて、それらの表面に高純度多結晶シリコンを析出させ、このようにして生成したシリコンを一度室温まで冷却して適当な大きさに切断し、酸洗浄したうえで1450℃以上の温度で融解し、種單結晶を付けて単結晶を成長させルチヨクノルスキー(Czochralski)法が一般的であつた。

しかしこのような現在の高純度多結晶シリコンの製造工程は、いずれも多結晶シリコン(高純度シリコン)製造工程と単結晶シリコン製造工程が連続していないため、900～1200℃で生成された多結晶シリコンを一度、室温まで冷却してから、単結晶シリコンを製造するために1450℃以上の温度で再融解しなければならぬ。そのため、熱エネルギーの損失はきわめて大きく、省エネルギーの観点から不合理であるとともに、生産コストを増大してゐる。

そのため、この2工程を連続化するための試みが行われ、例えば特開昭51-23069に開示されたような技術が開発されてきた。

これらの方は、高純度シリコンの融解浴から一方で種結晶によつてシリコン単結晶を引き出し、池方において浴の補給を行うものである。本考明の方法は主としてこの浴補給に利用されるものである。

既知の方法では何れも高純度シリコン生成のためのシリコン生成気体の分解ないし水素による還元反応によるシリコンの析出はシリコジの融点以下で行われ。その融点以上で行なうことは不利とされていた。それはこの析出反応の伴隨炭化が反応体の拡散速度にあり、拡散速度を割りきれない限りは最も有利な平衡温度で反応を進める他はないと考えられたからである。本発明者は過去の前述に述べられ、シリコン生成気体を直接シリコン触液に強制的に接触させることによつて有利に高純度シリコンが生成することを確認し、本発明を完成した。かくて高純度シリコン製造工程を簡易化して将来の需要増加に応じ得る大量生産の方法の端をくいた。

即ち本発明によれば、精製した塩化シランと水

素の混合物を高純度シリコンの融解浴と直接接触させることを特徴とする高純度シリコンの製法が提供される。

本発明の方針においては、高純度シリコン触解物を得るには、最初に必要量の高純度シリコン触解浴を準備し、これと高純度シリコン生成気体を接触させるのであって、そのために充分な触解物の表面が確保されていればよいのであって、その接触方法には何らの制限がない。しかしながら通常はシリコン生成気体を導入管により、シリコン触解浴の液面下に導入してバーリングさせるか、導入管の先を細めてシリコン生成気体を速い線速度で浴の表面に吹きつけいわゆる吹き込み呑嚥法により、触解浴の表面に深い凹みを生じさせる方法が好ましい。本発明において使用されるシリコン生成気体は三塩化シリコン、四塩化シリコン等の塩化シリコンと水素の混合物である。

たのようすに高純度シリコン製造の工程は多くは
と簡易化される。

高純度シリコン浴からの単結晶製造の工程は、

本組出願人によつて己に特許出願されている領引
きリボン単結晶製造法(特願昭50-91099号,
特願昭50-100112号等)。または既知の
領引きリボン結晶製造法などの、原理的には無限
時間連続的に単結晶を製造し得る方法を採用する
のが好ましいが、旧東洋ナショナルスキー庄の単
結晶製造工場を採用しても差しつかえない。

次に図面を参照しつつ本発明を実施例によつて詳細に説明する。第1図と第2図は本発明の方法を実施するための装置の概要図である。これらの図において、1はシリコン触解容器(ルンボ)である。2は該ルンボの1端を複数天蓋部であり、その1部分2'は底部において浴の連通を許す隔壁を形成している。天蓋部2にはシリコン生成気体5の導入管3、反応すみ気体6の排出管4が設けられている。7は高濃度シリコンの浴であり、底部の連通により天蓋部の内外において等しい液面を保つ。8はカイドローラーである。

ルツボ、および天蓋部は、通常シリカで造られる。導入管と排出管は、シリカ、アルミナ、ジル

コニア等のセラミック、タンタル、ステンレス鋼、ハスティロイ等の耐熱金属材料で造られる。

ルッポは既知の適当な手段によつて加熱される。

1実施例において、ルツボにあらかじめ高純度シリコン多結晶300gを投入し、グラフイト发热体を高周波加熱することによつて融解した。次いで、先端を内径約2mmに研つたタンタル製のガス導入管をシリコン融解浴の表面に約2mmに調整して設置し、三塩化シリコン10%を含有する水素を100ml/minの流速で導入した。この状態で約5時間後ガス出口4でのガス組成、四塩化シリコン0.5%, 三塩化シリコン1%, 水第75.5%, 塩化水素2.3%であつた。

一方、しきり板2で気相部分は仕切られているが、シリコン系樹脂は底で単結晶製造部と遮断している。単結晶製造部では、モノシリコンの導入後、7時間後から約1時間に、横引法で長さ約30cm、巾2cm、厚さ2mmのリボン単結晶が製造された。

第1図に示すようにシリコン生成ガスをシリコン管の直角下に吹き込んでも略回復な結果が得ら

れる。

4. [図面の簡単な説明]

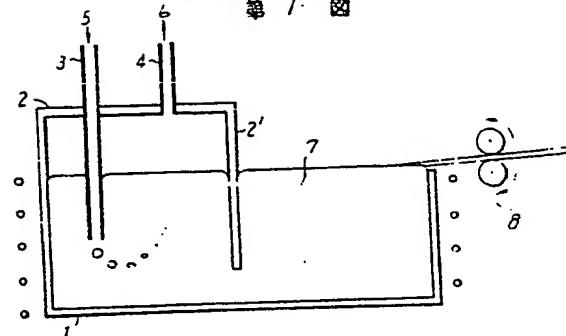
第1、2図は本発明の方法を実施する装置の概念を示す。これらの図面において：

1：レンガ、2：天蓋部、2'：隔壁、3：シリコン生成気体導入口、4：向気体排出口、7：シリコン触解浴、8：ガイドドローラー。

特許出願人 三愛金属株式会社

代理人 弁理士 松井政広

第1図



第2図

